



VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 0000054931/JM	WEITERES VORGEHEN siehe Formblatt PCT/PEAA416	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/010497	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 18.09.2004	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 29.09.2003
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C07C205/06, C07C201/16, C02F1/26		
Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT et al.		
<p>1. Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, der von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt wird.</p> <p>2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 6 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.</p> <p>3. Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; diese umfassen</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> (an den Anmelder und das Internationale Büro gesandt) insgesamt 1 Blätter; dabei handelt es sich um</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften).</p> <p><input type="checkbox"/> Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht.</p> <p>b. <input type="checkbox"/> (nur an das Internationale Büro gesandt) insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enthalten, nur in computerlesbarer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften).</p>		
<p>4. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. I Grundlage des Bescheids</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. II Priorität</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung</p>		
Datum der Einreichung des Antrags 29.07.2005	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 11.01.2006	
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Glod, G Tel. +49 89 2399-7373 	

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT
ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT**

10/573020
AP9 Rec'd PCT/PTO 22 MAR 2005
Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2004/010497

Feld Nr. I Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Sprache** beruht der Bericht auf der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.
- ☐ Der Bericht beruht auf einer Übersetzung aus der Originalsprache in die folgende Sprache, bei der es sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist:
- ☐ internationale Recherche (nach Regeln 12.3 und 23.1 b))
 - ☐ Veröffentlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4)
 - ☐ internationale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 und/oder 55.3)
2. Hinsichtlich der **Bestandteile*** der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt*):

Beschreibung, Seiten

1-5 in der ursprünglich eingereichten Fassung

Ansprüche, Nr.

1-8 eingegangen am 30.07.2005 mit Schreiben vom 22.07.2005

☐ einem Sequenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll

3. ☐ Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:
- ☐ Beschreibung: Seite
 - ☐ Ansprüche: Nr.
 - ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
 - ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
 - ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):
4. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigelegten und nachstehend aufgelisteten Änderungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2 c)).
- ☐ Beschreibung: Seite
 - ☐ Ansprüche: Nr.
 - ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
 - ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
 - ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

* Wenn Punkt 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung "ersetzt" versehen werden.

Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung
- | | |
|--------------------------------|-------------------|
| Neuheit (N) | Ja: Ansprüche 1-8 |
| | Nein: Ansprüche |
| Erfinderische Tätigkeit (IS) | Ja: Ansprüche 1-8 |
| | Nein: Ansprüche |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) | Ja: Ansprüche 1-8 |
| | Nein: Ansprüche: |

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

siehe Beiblatt

Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist:

siehe Beiblatt

Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:

siehe Beiblatt

Zu Punkt V

Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Es wird auf folgende Dokumente verwiesen:

D1: US-A-4257986

D2: US-A-4986917

2. Der Gegenstand der Ansprüche 1-8 erfüllt die Bedingungen des Artikels 33(2) PCT (Neuheit).
- 2a. D1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Dinitrotoluol (DNT), wobei die verwendete Säure zuerst mit einem Oxidations- oder Reduktionsmittel kontaktiert wird und anschließend im Denitrator mit Toluol behandelt wird (Figur 1). Das mit Salpetersäure reagierende Toluol wird anschließend als Nebenstrom in der Herstellung von DNT verwendet (Spalte 3, Zeilen 61-63). Nach dem Nitrierungsprozess enthält die verwendete Säure Nitrokresol (Spalte 4, Zeile 68); sogar die zurückgewonnene Schwefelsäure enthält noch organische Verunreinigungen (Spalte 6, Zeile 39-41).

Der Gegenstand des unabhängigen Anspruchs 1 der vorliegenden Anmeldung unterscheidet sich von D1 dadurch, daß die nitrokresolhaltigen Extrakte erhalten wurden durch Entfernung von Nitrokresolen aus Abwasser der Mononitrotoluolherstellung, wobei das alkalische Abwasser der Mononitrotoluolherstellung mit Säuren auf einen pH-Wert von höchstens 3 angesäuert wird und die Nitrokresole mit einem Extraktionsmittel behandelt werden.

- 2b. D2 offenbart die Extraktion von Kresolen aus dem Abwasser von Nitrierungsverfahren. Dabei wird der pH der basischen Lösung mittels Schwefelsäure auf 3.7 gebracht und anschließend findet eine Extraktion statt (Spalte 6, Zeile 66 - Spalte 7, Zeile 11). Danach wird der pH weiter abgesenkt und eine nochmalige Extraktion durchgeführt (Spalte 7, Zeilen 25-32).

Der Gegenstand des unabhängigen Anspruchs 1 der vorliegenden Anmeldung unterscheidet sich von D2 dadurch, daß die nitrokresolhaltigen Extrakte erhalten wurden durch Entfernung von Nitrokresolen aus Abwasser der Mononitrotoluolherstellung, wobei das alkalische Abwasser der Mononitrotoluolherstellung mit Säuren auf einen pH-Wert von höchstens 3 angesäuert wird. Zudem werden die nitrokresolhaltigen Extrakte als Einsatzstoff mitverwendet.

3. Der Gegenstand der Ansprüche 1-8 erfüllt die Bedingungen des Artikels 33(3) PCT (erfinderische Tätigkeit).

- 3a. D1 wird als nächstliegender Stand der Technik angesehen.

Die zu lösende Aufgabe besteht darin ein Verfahren zu entwickeln, um die Nitrokresole aus dem Abwasser der Mononitrotoluolherstellung zu entfernen und einer weiteren Verwendung zuzuführen.

Wie in den Beispielen der Anmeldung, sowie im mit dem Schreiben vom 22.07.2005 vorgelegten Versuchsbericht, gezeigt wird die Aufgabe durch ein Verfahren gemäß Anspruch 1 gelöst.

Da die Mitverwendung des Extraktes den Inhalt an Nitrokresolen im Abwasser der Dinitrotoluolherstellung überraschenderweise nicht erhöht, wird eine erfinderische Tätigkeit für den Gegenstand des Anspruchs 1 anerkannt.

- 3b. Da die Ansprüche 2-8 abhängig von Anspruch 1 sind, basiert auch der Gegenstand dieser Ansprüche auf einer erfinderischen Tätigkeit.

Zu Punkt VII

Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

- 4a. Im Widerspruch zu den Erfordernissen der Regel 5.1 a) ii) PCT werden in der Beschreibung weder der in D1 und D2 offenbarte einschlägige Stand der Technik noch diese Dokumente angegeben.

4b. Zeilen 32-36 (Seite 2) sind identisch mit Zeilen 6-10 (Seite 3).

Zu Punkt VIII

Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

5. Es scheint, daß es für das Verfahren gemäß Anspruch 1 wesentlich ist, daß die Nitrokresole mit einem im Herstellungsprozess von DNT verwendeten Lösungsmittel extrahiert werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Dinitrotoluol durch Nitrierung von Toluol, dadurch gekennzeichnet, dass nitrokresolhaltige Extrakte, erhalten durch Entfernung von Nitrokresolen aus Abwasser der Mononitrotoluolherstellung, wobei das alkalische Abwasser der Mononitrotoluolherstellung mit Säuren auf einen pH-Wert von höchstens 3 angesäuert wird und die Nitrokresole mit einem Extraktionsmittel behandelt werden, als Einsatzstoff mitverwendet werden.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Säuren mit einem pK_s -Wert von höchstens 2 eingesetzt werden.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass Mineralsäuren eingesetzt werden.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Nitrokresole mit Toluol, o-, m-, p-Nitrotoluol oder deren Gemischen extrahiert werden.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Volumenverhältnis des zu extrahierenden Abwassers zum Extraktionsmittel 1 zu 1 bis 50 zu 1 beträgt.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die nitrokresolhaltigen Extrakte als Teilstrom der Prozessstufe der Mononitrierung des Toluols zugegeben werden.
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die nitrokresolhaltigen Extrakte als Teilstrom der Prozessstufe der Dinitrierung zugegeben werden.
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die durch die Zugabe der Extrakte zugefügte Menge an Nitrokresolen zwischen 0,01 und 1 Gew.-%, bezogen auf die Menge des erzeugten Dinitrotoluols, beträgt.

What is claimed is:

1. A process for preparing dinitrotoluene by nitration of toluene, which comprises using, as a feedstock, nitroresol-containing extracts obtained by removing nitroresols from wastewater of mononitrotoluene preparation, the alkaline wastewater of mononitrotoluene preparation being acidified with acids to a pH of at most 3 and the nitroresols being treated with an extractant.
2. The process according to claim 1, wherein acids having a pK_a value of at most 2 are used.
3. The process according to claim 1 or 2, wherein mineral acids are used.
4. The process according to any of claims 1 to 3, wherein the nitroresols are extracted with toluene, o-, m-, p-nitrotoluene or mixtures thereof.
5. The process according to any of claims 1 to 4, wherein the volume ratio of the wastewater to be extracted to the extractant is from 1:1 to 50:1.
6. The process according to any of claims 1 to 5, wherein the nitroresol-containing extracts are added as a substream to the process stage of mononitration of toluene.
7. The process according to any of claims 1 to 5, wherein the nitroresol-containing extracts are added as a substream to the process stage of dinitration.
8. The process according to any of claims 1 to 7, wherein the amount of nitroresols added by the addition of the extracts is between 0.01 and 1% by weight based on the amount of dinitrotoluene obtained.